# TRABAJO PRÁCTICO DE LABORATORIO Nº 2:

# VALORACIÓN ÁCIDO-BASE. MÉTODO KJELDAHL PARA DETERMINAR NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS




## INTRODUCCIÓN

En este trabajo de laboratorio te presentamos una aplicación de volumetría ácido-base, el método Kjeldahl. Es un método de referencia utilizado por los laboratorios especializados en el análisis de suelos, de alimentos, de aguas, entre otros.

El método Kjeldahl determina nitrógeno orgánico (N org), y si en la muestra hay amonio, también lo incluye. Se trata de una mineralización de nitrógeno orgánico -proveniente de aminas, amidas, aminoácidos y proteínas, ácidos nucleicos, material de descomposición de vegetales y animales- para convertirlo en la forma inorgánica amonio ($NH_4^+$), luego destilar como amoníaco ($NH_3$) y recolectarlo para finalmente cuantificarlo en forma indirecta mediante una valoración ácido-base.

Algunas aplicaciones del método Kjeldahl en agronomía

- Determinación de proteína para evaluar calidad nutricional de un silaje, y para evaluar calidad de alimentos para el hombre.
- Determinación de N org en aguas residuales utilizadas para riego
- Determinación de N org en suelos, denominado Nitrógeno total (N tot), como indicador de capacidad de este elemento; también mediante modificaciones en la técnica se puede evaluar el contenido de nitratos ($N-NO_3^-$) que es importante para evaluar disponibilidad inmediata de este elemento.

| Clasificación del suelo | Contenido de Ntot (%) |
|---|---|
| Muy deficiente | < 0,075 |
| Deficiente | 0,075 a 0,124 |
| Moderadamente deficiente | 0,125 a 0,149 |
| Moderadamente provisto | 0,150 a 0,199 |
| Bien provisto | 0,200 a 0,299 |

| | |
|---|---|
| Muy bien provisto | >0,300 |

Tabla 1- Escala orientativa de clasificación del contenido de N total (%) en suelo agrícola

Te invitamos a acceder al trabajo experimental y las respectivas consignas para resolver
https://forms.gle/wKbMMQNxqBL2FnwG6



**TÉCNICAS**

## I- Determinación de Nitrógeno total en suelos

-Pesar 1 g de suelo previamente acondicionado* y 0,5 g si se trata de un compost; colocarlo dentro de un tubo para digestión (tubo muestra)

-Agregar 2 g de mezcla catalizadora ($CuSO_4$ y $K_2SO_4$) y con mucha precaución 7 mL de $H_2SO_4$ 98 %

-Preparar un tubo blanco (sin muestra)

-Colocar en el digestor los tubos blanco y muestra, tapar con el tubo de extracción de gases. Encender el Scrubber (extractor y lavador de gases) y conectar el digestor a 380 °C durante 3 hs aproximadamente, hasta observar color verde de la muestra digerida.

-Dejar enfriar los tubos digeridos de muestra y blanco, agregar 50 mL de agua destilada

-Lavar el equipo destilador

- Agregar 10 mL de solución de ácido bórico con mezcla indicadora en Erlenmeyer y colocar en la salida del destilador

- Colocar el tubo blanco digerido en el destilador y agregar 20 mL de NaOH al 30 %. Destilar hasta recolectar entre 80 a 100 mL de destilado. Repetir el procedimiento con el tubo muestra.

-Valorar el tubo blanco con solución $H_2SO_4$ 0,1 N previamente estandarizado con patrón primario, hasta cambio de color. Repetir con el tubo muestra.

-Calcular el % N total en el suelo. Elabora una conclusión teniendo en cuenta la escala orientativa de la tabla 1.



**OPTATIVO-En este video podrás ver cómo se toma muestra de un suelo para su envío al laboratorio.**




https://www.youtube.com/watch?v=zjtFZruV0xM

Una vez ingresada la muestra al laboratorio la muestra de suelo se debe acondicionar.

***Acondicionamiento de suelos:**

Previo a realizar cualquier análisis, la muestra de suelo que ingresa a un laboratorio debe ser identificada (esto es, colocar un rótulo) y acondicionada según un protocolo. El acondicionamiento requiere secar, morterizar y tamizar la muestra. Si bien este protocolo puede diferir con el análisis que se realice, el procedimiento general es:

**1-Secado de la muestra**

La muestra de suelo se esparce sobre una superficie limpia (papel), se desmenuza con las manos y se reduce a pequeñas partículas. Se deja secar al aire y a la sombra.

**2-Morterizado y tamizado de la muestra**

Se quitan los residuos vegetales grandes (ej. ramitas, hojas ...) del suelo. Luego se pone el suelo en un mortero, se disgrega bien con la ayuda del pilón y se pasa a través de un tamiz de 2mm; no se desperdicia ninguna fracción de suelo. Si han quedado restos de muestra sobre el tamiz se vuelve a morterizar y pasar por el tamiz.

Según el análisis que se quiera hacer, se deberá pasar por tamices de mallas menores. Por ejemplo, para determinar acidez el suelo debe ser tamizado por 2 mm; para cuantificar Carbono oxidable, Nitrógeno y Fósforo, el suelo se pasa por un tamiz de 0.5 mm.

## II- Determinación de Nitrógeno total en aguas

**-**En un tubo digestor colocar 20 mL de la muestra de agua y en otro tubo blanco, colocar la misma cantidad de agua destilada

- Agregar una tableta Kjeldahl, conteniendo la mezcla catalizadora ($CuSO_4$ y $K_2SO_4$) y con sumo cuidado 8 mL de $H_2SO_4$ 98%

-Colocar en el digestor los tubos blanco y muestra, tapar con el tubo de extracción de gases. Encender el Scrubber (extractor y lavador de gases) y conectar el digestor a 330 °C hasta observar color verde de la muestra digerida.

-Dejar enfriar los tubos digeridos de muestra y blanco, agregar 50 mL de agua destilada

-Lavar el equipo destilador

- Agregar 100 mL de solución de ácido bórico con mezcla indicadora en Erlenmeyer y colocar en la salida del destilador

- Colocar el tubo blanco digerido en el destilador y agregar 70 mL de NaOH al 30 %. Destilar durante 5 minutos. Repetir el procedimiento con el tubo muestra.

-Valorar el tubo blanco con solución $H_2SO_4$ 0,1 N previamente estandarizado con patrón primario, hasta cambio de color. Repetir con el tubo muestra.

-Calcular el Ntotal en mg/L del agua analizada.

 **ACTIVIDAD**

Te proponemos elaborar el informe de laboratorio correspondiente. Este informe incluirá los cálculos de estandarización del ácido sulfúrico 0,1 N utilizado en las técnicas Kjeldahl y el análisis de la muestra (agua o suelo) que oportunamente te indique el docente.

Datos experimentales para considerar:

## -Estandarización de solución ácido sulfúrico 0,1 N con carbonato de sodio

| valoración | Masa de $Na_2CO_3$ (mg) | Volumen $H_2SO_4$ (mL) | Molaridad de $H_2SO_4$ |
|---|---|---|---|
| 1 | 105 | | |
| 2 | 112 | | |
| 3 | 108 | | |
| | | Molaridad promedio de $H_2SO_4$ | |

## - Técnica Kjeldahl aplicada a la Muestra de suelo

| Tubo | Masa de suelo (g) | Vol $H_2SO_4$ 0,1 N (mL) |
|---|---|---|
| blanco | ------------- | 0 |
| Muestra N° S5 | 1,012 | |
| Muestra S6 | 1,011 | 0,9 |

## -Técnica Kjeldahl aplicada a muestra de agua

| Tubo | Vol de muestra (mL) | Vol $H_2SO_4$ 0,1 N (mL) |
|---|---|---|
| blanco | ------------- | 0 |
| Muestra N° A4 | 20 | |

Tené en cuenta las pautas de informe de laboratorio indicadas en el archivo subido en el aula virtual.

## BIBLIOGRAFÍA y REFERENCIAS

-Gudelj, O. (2014) *Muestreo de suelos.* (video) de https://www.youtube.com/watch?v=zjtFZruV0xM

-Harris, D.C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Reverté, 2da Edición.

-Ingenia UdeA (2018) *Determinación del nitrógeno total en Kjeldahl.* (video) De https://www.youtube.com/watch?v=KWZFMFsQ0K8&feature=emb_logo

-Marbán, L.; Ratto, S. 2005. *Tecnologías en análisis de suelos. "Alcance a Laboratorios Agropecuarios".* Asociación Argentina de la Ciencia del suelo. Capítulo V. Nitrógeno del suelo

-Moreno Ramón H., Ibañez Asensio, S. (2017) *Determinación de nitrógeno total en suelos por Kjeldahl.* (video) De https://www.youtube.com/watch?v=uhnOjvFJDN0&feature=emb_logo

- Skoog D.A; West, D.M.; Holler, J.F y Crouch, S.R. (2005) Fundamentos de Química Analítica, Editorial Thomson, 8ª Edición

Autor: María Alejandra Goyeneche

Cómo citar: Goyeneche, M.A. (2020). Trabajo Práctico de Laboratorio 2. Valoración ácido-base. Método Kjeldahl para determinar Nitrógeno Total en suelos. Azul: Facultad de Agronomía. UNCPBA.

